Agilent 255 デュアルプラズマ NCD を用いた芳香族ニトロ化合物および爆発性物質の GC 分析

技術概要

緒言

芳香族ニトロ化合物は、医薬品などで用いる、高価値な有機化合物の溶媒や前駆体としてよく使用されます。さらに、一部の芳香族ニトロ化合物は、それ自体が爆発性であるか、その他の爆発性物質の前駆体です。多くの高エネルギー (不安定) 窒素含有種は、いくつかの一般的に知られる芳香族ニトロ化合物と同様に、熱または衝撃により爆発し、爆発性物質として使用されます。それらの分析は、加工、研究開発、法医学、環境などの用途に必要です。

これらの爆発性物質は、分析での取り扱い方法にいくつかの制限が設けられます。ガスクロマトグラフィーでは、高温のインジェクタによって、分析対象化合物が熱分解される可能性があるため、サンプル導入に従来または未処理のスプリットインジェクタを使用することはお勧めしません。一方で、分析対象化合物を十分に蒸発させるためには高い温度が必要なこともあります。分析対象化合物の分解はカラム中でも起こる可能性があり、そのため、十分な分離を行いながらも、最低温度で分析対象化合物を溶出できる分析用カラムを選択する必要があります。分析対象化合物の分解を触媒しない物質である必要もあります。

Agilent デュアルプラズマ化学発光窒素検出器 (NCD) は、窒素含有種の検出に関して、費用効率、安定性、感度、選択性などに優れたソリューションを提供します。炭素よりも 10^8 以上高い窒素種の選択性のおかげで、干渉する可能性の高い種が存在する中で、これらの種を測定することが可能です。質量分析計と同様に検出器は真空条件下で動作することから、さらに低い溶出温度での分析が可能になり、熱的に不安定な化合物の分析に有利です。さらに、選択性は感度よりもメソッド検出下限を決定する上で、より重要なことがよくあります。選択性と感度の両方が高い NCD では、たとえば大容量注入、または質量分析計に負荷を掛ける GC カラムの使用を可能にします。

本報では、NCD 検出器を用いた GC による、芳香族ニトロ化合物や関連爆発性化合物など窒素含有種の分析能力を手短に説明します。この種の分析向けに特別に開発された特殊 Restek GC カラムを使用しました。Restek は、確認分析に使用することが可能な、わずかに異なる選択性を持つ関連カラムも開発しました。

質量分析計 (MS) や電子捕獲検出器 (ECD) などは、この種類の分析に一般的に使用されます。これらの検出器は、MS による同定能力や ECD の感度などの利点を持ちます。その特有の選択性や感度を備えた NCD は、質量分析計、電子捕獲検出器、窒素リン検出器などの代替品として使用できるだけでなく、補完や確認測定技術に使用することも可能です。本報で使用された実験条件は表 1 に記載されています。

表 1. 実験条件

ガスクロマトグラフ	Agilent 6890 GC
インジェクタ	オーブントラックモードに設定されたクールオンカラム、2 psi のヘッド圧、注入量 0.2 µL
オーブン	60 °C で 1 分間ホールド、10 °C/min で 160 °C に昇温後、30 °C/min で 300 °C まで昇温 (3 分間保持)
カラム	Rtx-TNT、6 m、内径 0.53 mm、1.5 µm - Restek カタログ番号 12988
検出器	Agilent 255 NCD デュアルプラズマ 基準温度 300 °C、バーナー温度 900 °C 酸素 8 SCCM、水素 4 SCCM

テストサンプルには、芳香族ニトロ化合物が添加された Agilent NCD テストサンプルと Restek Cal サンプル 8095 A および B の希釈液 (それぞれ Restek カタログ番号 31607 および 31608) を用いました。

図 1,2,3 には、窒素含有テストサンプルトルエン溶液、8095 キャリブレーションサンプル A トルエン溶液の 1:50 希釈液、キャリブレーション混合物 A および B 等量のトルエン溶液 1:100 希釈液を示します。窒素含有テストサンプルから得られたクロマトグラムには溶媒ピークが見られないことに注意してください。これは、炭素に対して窒素の選択性が非常に高いためです。その他の混合物では、クロマトグラムの前方にある溶媒ピークは、高濃度のアセトニトリルに起因します。図 2 と 3 では同一ピークを用いて同定しています。すべての場合で、オンカラム分解によりフロンティングおよびテーリングを少し示す HMX を除き、これらの化合物に対して優れたピーク形状が見られます。いずれにせよ、本書では ng の低濃度でこれらの種のすべてが検出できる能力を示しています。高感度の NCD によって、濃度 ng 未満の窒素含有物検出が可能です。

本研究で使用した GC カラムをご寄付頂きました Restek Corporation (www.restekcorp.com、Bellefonte、PA、USA) に感謝致します。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

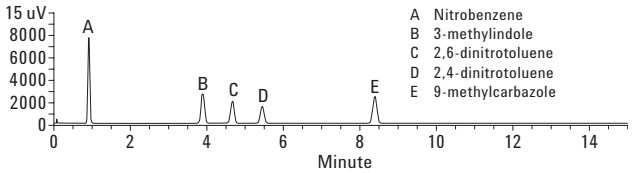


図 1. 窒素含有テスト混合物、ピークは窒素オンカラムとして最高 2 ng に相当 (最高 10 µg/mL の内の 0.2 µL)。

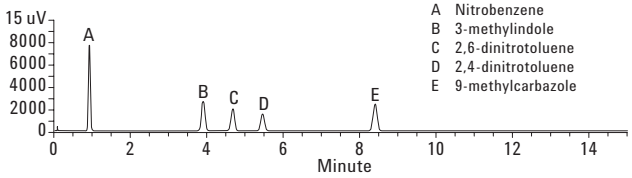
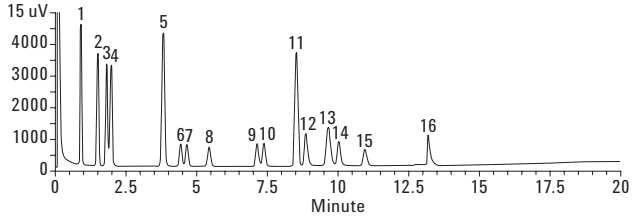


図 2. Cal Mix 8095 A トルエン溶液の 1:50 希釈液。ピークは化合物オンカラムとして最高 4 ng に相当 (化合物として 20 µg/mL の内の 0.2 µL)。



1 Nitrobenzene
2 2-nitrotoluene
3 3-n-nitrotoluene
4 4-nitrotoluene
5 Nitroglycerine
6 1,3-dinitrobenzene
7 2,6-dinitrotoluene
8 2,4-dinitrotoluene
9 1,3,5-trinitrobenzene
10 TNT
11 PETN
12 RDX
13 4-amino-2,6-dinitrotoluene and 3,5-dinitroaniline
14 2-amino-4,6-dinitrotoluene
15 Tetryl
16 HMX

図 3. Cal Mix 8095 A および B トルエン溶液の 1:100 希釈液。ピークは化合物オンカラムとして最高 2 ng に相当 (化合物として最高 10 ng での 3,5-ジニトロアニリン)。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
May 22, 2007
5989-6776JAJP

Agilent Technologies